



PCT/AT 2004/000409

ÖSTERREICHISCHES PATENTAMT

A-1200 Wien, Dresdner Straße 87

Kanzleigebühr € 14,00
Schriftengebühr € 65,00

REC'D 28 DEC 2004
WIPO PCT

Aktenzeichen **A 1895/2003**

Das Österreichische Patentamt bestätigt, dass

**die Firma Institut für Industrielle Elektronik und
Materialwissenschaften (E366) Technische Universität Wien
in A-1040 Wien, Gusshausstraße 27-29,**

am **26. November 2003** eine Patentanmeldung betreffend

"Viskositätssensor mit integrierter Flüssigkeitsheizung",

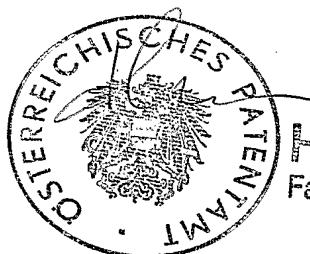
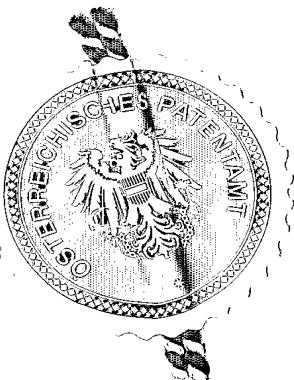
überreicht hat und dass die beigeheftete Beschreibung samt Zeichnungen mit der ursprünglichen, zugleich mit dieser Patentanmeldung überreichten Beschreibung samt Zeichnungen übereinstimmt.

Es wurde beantragt, Bernhard Jakoby in Wien, als Erfinder zu nennen.

Österreichisches Patentamt
Wien, am 30. November 2004

Der Präsident:

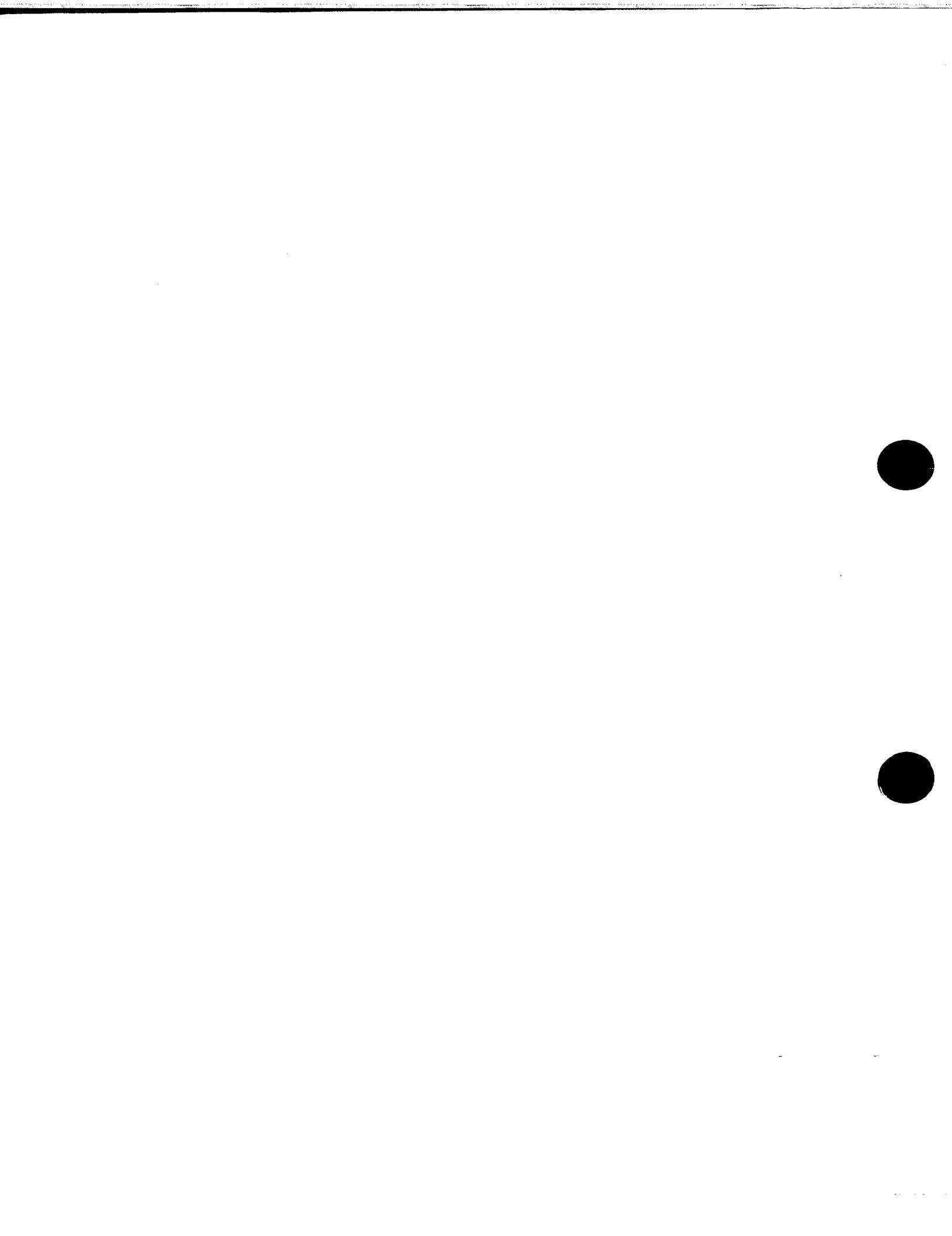
i. A.



HRNCIR
Fachoberinspizkor

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



A1895/2003

(51) IPC:

Urtext

AT PATENTSCHRIFT

(11) Nr.

(Bei der Anmeldung sind nur die eingerahmten Felder auszufüllen - bitte fett umrandete Felder unbedingt ausfüllen!)

(73) Patentinhaber (bzw. -inhaber):
Institut für Industrielle Elektronik und Materialwissenschaften
Technische Universität Wien

(54) Titel der Anmeldung:
Viskositätssensor mit integrierter Flüssigkeitsheizung

(61) Zusatz zu Patent Nr.

(66) Umwandlung von GM /

(62) gesonderte Anmeldung aus (Teilung): A /

(30) Priorität(en):

(72) Erfinder:

Bernhard Jakoby

(22) (21) Anmeldetag, Aktenzeichen:

, A

/

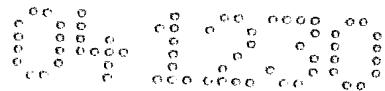
(60) Abhängigkeit:

(42) Beginn der Patentdauer:

Längste mögliche Dauer:

(45) Ausgabetag:

(56) Entgegenhaltungen, die für die Beurteilung der Patentierbarkeit in Betracht gezogen wurden:



Viskositätssensor mit integrierter Flüssigkeitsheizung

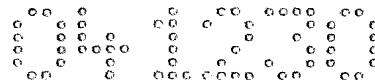
Erfinder

Bernhard Jakoby

Zusammenfassung

Diese Erfindung betrifft ein Gerät zur Messung der Viskosität von Flüssigkeiten. Da die Viskosität von Flüssigkeiten in der Regel stark temperaturabhängig ist, ist es bei der Messung wichtig gleichzeitig die Temperatur der Flüssigkeit zu erfassen und gegebenenfalls genau einzustellen. Misst man die Viskosität der Flüssigkeit bei mehreren Temperaturen so kann man eine Viskositäts-Temperatur-Charakteristik zur Beschreibung der Flüssigkeit ermitteln. Die vorliegende Erfindung betrifft ein Gerät bei dem der Viskositätssensor und eine Heizeinrichtung in einem Bauelement integriert sind. Durch die speziellen Eigenschaften des als mikroakustisches Bauelement ausgeführten Sensors kommt man dabei mit vergleichsweise kleinen Heizleistungen und kurzen Anheizzeiten aus.

Vorschlag für repräsentative Zeichnung: Fig. 3



Viskositätssensor mit integrierter Flüssigkeitsheizung

Erfinder

Bernhard Jakoby

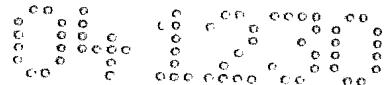
Hintergrund der Erfindung

Gebiet der Erfindung

Diese Erfindung betrifft eine Apparatur und eine Methode zur Messung der Viskosität von Flüssigkeiten basierend auf einem mikroakustischen Bauelement.

Stand der Technik

Gemäss dem Stand der Technik ist die Viskositätsmessung mit mikroakustischen Bauelementen bekannt. Bei diesen Bauelementen können durch Anlegen von elektrischen Wechselspannungen an Elektrodenkonfigurationen, welche auf einem piezoelektrischen Element angebracht sind, mechanische bzw. akustische Schwingungen in eben diesem Element angeregt werden. In der Regel werden als Materialien piezoelektrische Kristalle (z.B. Quarz) aber auch piezoelektrische Keramiken verwendet. Bei den Kristallen kann durch entsprechende Auswahl der verwendeten Kristallorientierung (dem so genannten Kristallschnitt) erreicht werden, dass sich bei Anregung mit einer Wechselspannung an entsprechend angebrachten Elektroden bevorzugt Scherschwingungen an zumindest einer Kristalloberfläche ausbilden. Bei Piezokeramiken ist die Polarisierungsrichtung entsprechend zu wählen. Mit dem Begriff „Scherschwingung“ werden dabei oszillierende Verformungen der Oberfläche bezeichnet, welche sich bevorzugt in der Ebene der Kristalloberfläche ausbilden (also nicht orthogonal zur Oberfläche). Wird eine derartig schwingende Kristalloberfläche mit einer viskosen Flüssigkeit in Kontakt gebracht, so wird in der Flüssigkeit eine gedämpfte akustische Scherwelle angeregt. Ist das akustische Bauelement als piezoelektrischer Resonator ausgeführt, ändern sich durch diesen Kontakt mit der Flüssigkeit die Dämpfung und die Resonanzfrequenz des Resonators in Abhängigkeit von der Dichte und der Viskosität der Flüssigkeit (siehe zum Beispiel S.J. Martin, G.C. Frye, K.O. Wessendorf, „Sensing-Liquid-Properties with Thickness-Shear-Mode Resonators“, Sens. Act. A, vol. 44, p. 209-218, 1994). Diese beiden Änderungen bewirken entsprechende Änderungen in den elektrischen Parametern des elektrischen Ersatzschaltbildes für die Resonatorimpedanz, welche durch passende elektronische Auswerteschaltungen erfasst werden können. Auf diese Art kann die Viskosität der Flüssigkeit elektronisch erfasst werden.



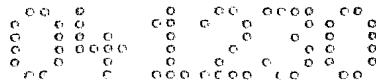
Auf einem ähnlichen Prinzip basieren auch mikroakustische Bauelemente die scher-polarisierte akustische Oberflächenwellen verwenden (siehe zum Beispiel B. Jakoby, M. J. Vellekoop, "Properties of Love Waves: applications in Sensors", Smart Mater. Struct., vol. 6, p. 668-679, 1997). Hierbei werden ebenfalls Scherwellen in der Flüssigkeit angeregt welche die elektrischen Eigenschaften des Bauelements verändern. Diese Bauelemente können ebenfalls als Resonatoren ausgebildet sein, alternativ aber auch als Verzögerungsleitungen. In diesem Fall ändern sich die Dämpfung und die Laufzeit bzw. Phase der Verzögerungsleitung mit der Viskosität und der Dichte der Flüssigkeit.

Im Vergleich zu konventionellen Viskositätsmessungen besitzt die mikroakustische Messung den Vorteil, dass man mit vergleichsweise kleinen Probenmengen auskommt, da erstens die Eindringtiefe der gedämpften Scherwelle in die Flüssigkeit relativ klein ist (typisch in der Größenordnung von einem Mikrometer), so dass die Bedeckung des Sensors mit einem dünnen Flüssigkeitsfilm prinzipiell ausreicht und zweitens das Bauteil zweitens generell sehr klein ausgeführt werden kann (typischerweise in der Größenordnung einiger Millimeter).

Da die Viskosität einer Flüssigkeit in der Regel stark temperaturabhängig ist, misst man üblicherweise Viskositäts-Temperatur (VT) Charakteristiken. Dies erfordert eine zusätzliche Einheit zur exakten Temperierung der Flüssigkeit, die oft den Platzbedarf und den Preis der gesamten Messeinrichtung wesentlich erhöht. Als weiterer Nachteil ergibt sich, dass viele Flüssigkeiten eine hohe Wärmekapazität aufweisen, so dass sich je nach Größe des benötigten Probevolumens eine relativ lange Aufheizzeit ergibt.

Beschreibung und Vorteile der Erfindung

Gegenstand der Erfindung ist ein Gerät (Bauelement) zur Bestimmung von Viskositäts-Temperatur-Verläufen von Flüssigkeiten basierend auf mikroakustischen Bauelementen welche gemäß Anspruch 1 mit einer elektrischen Heizvorrichtung ausgestattet sind. Es ist ferner Gegenstand der Erfindung, dass die zum Erwärmen der zu messenden Flüssigkeit benötigte Heizvorrichtung im Gerät (Bauelement) derart integriert ist, dass sich die oben beschriebenen Nachteile konventioneller Messverfahren, wie etwa große Heizleistung und lange Anwärmzeiten vermeiden lassen.

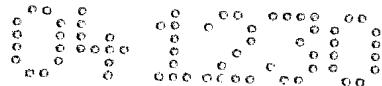


Erfindungsgemäß wird dies dadurch erreicht, dass an der mechanisch oszillierenden, sensiven Oberfläche des Sensors eine dünne Leiterstruktur angebracht wird, welche die Probeflüssigkeit, die sich in Kontakt mit dieser Oberfläche befindet, durch Joule'sche Verlustwärme lokal erhitzt. Dabei stellt sich ein Temperaturgefälle von der Sensoroberfläche in die Flüssigkeit hinein ein. Da die Eindringtiefe der, durch die schwingende Sensoroberfläche erzeugten, akustischen Scherwelle sehr klein im Verhältnis zur räumlichen Abklingkonstante des Temperaturverlaufes ist, kann im Bereich der (gedämpften) Scherwelle von einer näherungsweise konstanten Temperaturverteilung ausgegangen werden. Es ist somit nicht erforderlich das gesamte Probenvolumen auf die gewünschte Temperatur zu erhitzen, sondern es ist ausreichend wenn der dünne Flüssigkeitsfilm, in dem die gedämpfte akustische Scherwelle noch nennenswerte Amplituden aufweist, die gewünschte Temperatur erreicht hat. Der mikroakustische Sensor erlaubt dann die Bestimmung der Viskosität der Flüssigkeit in diesem Flüssigkeitsfilm. Darüber hinaus kann wegen der benötigten kleinen Probenmengen durch entsprechende konstruktive Gestaltung des Probebehälters der unnötige Verlust von Wärmenergie weiter verringert werden.

In einer weiteren Ausführung des Sensors wird gemäß Anspruch 4 die elektrisch leitfähige Heizerstruktur an der Sensoroberfläche mit den zur Anregung der akustischen Schwingung benötigten Elektrodenstruktur kombiniert, so dass ein und dieselbe leitfähige Beschichtung sowohl zur Heizung als auch zur Anregung der Schwingung verwendet werden kann.

In einer weiteren Ausführung wird gemäß Anspruch 4 die Heizerstruktur mit einer leitfähigen Abschirmung an der Sensoroberfläche kombiniert, so dass ein und dieselbe leitfähige Beschichtung sowohl zur Heizung als auch zur elektrischen Abschirmung von Teilen des piezoelektrischen Festkörpers von der Flüssigkeit verwendet werden kann.

In einer weiteren Ausführung gemäß Anspruch 3 wird der durch die leitfähige Heizerstruktur dargestellte elektrische Widerstand auch zur Messung der Oberflächentemperatur verwendet, wobei hier der Temperaturkoeffizient dieses Widerstandes ausgenutzt wird. Alternativ kann gemäß Anspruch 2 ein separater Temperaturfühler, welcher beispielsweise ebenfalls auf der Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstands beruht, realisiert werden. Auch diese Struktur kann in Elektroden oder Abschirmungen integriert werden.



In einer weiteren Ausführung gemäß Anspruch 5 werden die Leiterstrukturen an den Sensoroberflächen zumindest an jenen Stellen, an denen Sie mit der zu messenden Flüssigkeit in Kontakt stehen mit einer elektrisch isolierenden Schicht bedeckt, welche die Funktionalität der Viskositätsmessung kaum beeinflusst, aber gleichzeitig die Leiterstrukturen von der Flüssigkeit elektrisch (galvanisch) isoliert.

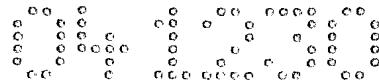
In einer Ausführung des Verfahrens zur Messung der Viskositäts-Temperatur-Charakteristik der Probenflüssigkeit mit dem beschriebenen Sensor gemäß Anspruch 6 wird zur Vermeidung von eventuell störenden Wechselwirkungen der Heizstrom während des Viskositätsmessvorganges kurzzeitig unterbrochen, wobei die Messzeit so kurz gehalten werden kann, dass aufgrund der Wärmekapazitäten die Temperatur der gemessenen Flüssigkeitsschicht praktisch konstant bleibt.

Der beschriebene Sensor kann mit kosteneffizienten Verfahren der Mikrotechnologie hergestellt werden. Verglichen mit konventionellen Viskosimetern kann dieser Sensor insbesondere in großen Stückzahlen vergleichsweise günstig hergestellt werden und kommt durch das Messprinzip mit einer geringen Probenmenge aus. Durch den erfindungsgemäß integrierten Heizer und die integrierte Temperaturmesseinrichtung kann die für die Messung relevante Flüssigkeitsschicht an der Oberfläche schnell und kontrolliert erhitzt werden, wodurch sich, verglichen mit konventionellen Verfahren, eine geringere Gesamt-Messzeit ergibt. Schließlich kommt das gesamte System mit einer wesentlich geringeren Heizleistung als konventionelle Verfahren aus.

Kurzbeschreibung der Zeichnungen

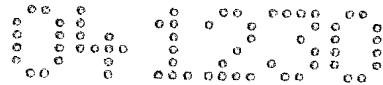
In den Zeichnungen sollen beispielhaft erfindungsgemäße Ausführungsformen beschrieben werden.

Fig. 1 zeigt ein Schema (Schrägriss) eines Dickenscherschwingers bestehend aus einem kreisförmigen Plättchen (1) aus piezoelektrischem Material (z.B. aus Quarz mit Kristallorientierung entsprechend dem bekannten AT-Schnitt). An den beiden Oberflächen sind leitfähige Strukturen, z.B. Metallisierungen, aufgebracht, die einen Heizer (2) und eine kreisförmige Elektrode (3, strichliert gezeichnet) darstellen. (Diese Metallisierungen an den



Oberflächen sind in Fig. 2 ein weiteres Mal getrennt dargestellt.) Die Elektroden bzw. die Heizerstruktur werden über leitfähige Kontaktflächen kontaktiert (4, 5 und 6). Zur Beheizung der Struktur muss eine Heizspannung (beispielsweise eine Gleichspannung) V_H an die Anschlüsse 4 und 5 angelegt werden. Die entsprechende Oberfläche des Sensors wird sofort erhitzt. Die Flüssigkeit kann wahlweise nur mit der direkt beheizten oder mit beiden Sensoroberflächen in Kontakt gebracht werden. Im letzteren Fall muss dann das Aufheizen des ganzen Sensors abgewartet werden bevor eine Messung vorgenommen wird. Zur Anregung von mechanischen Schwingungen wird eine Wechselspannung V_{AC} einerseits an die durch die Heizung dargestellte Elektrode (d.h. die Anschlüsse 4 und 5) und anderseits an die Elektrode auf der anderen Seite angelegt (6). Die Heizerstruktur fungiert gemäß Anspruch 4 demnach auch als Elektrode zur Anregung der akustischen Schwingungen. Zur Trennung des Heizstromkreises und des Wechselspannungsstromkreises können z.B. Kapazitäten und Induktivitäten (oder Widerstände) verwendet werden, Fig. 3 zeigt ein Ausführungsbeispiel. Die Gleichspannung zur Heizung wird aus einer Heizspannungsquelle (10) zugeführt, welche über Induktivitäten (15,16) zur Entkopplung von der Quelle von der applizierten Wechselspannung dienen (diese können auch entfallen). Die Wechselspannung (11) wird über Kapazitäten (13, 14) zugeführt. Diese verhindern den gleichspannungsmäßigen Kurzschluss der Heizwindung. Zur Erfassung der Viskosität wird in diesem Fall die durch das Verhältnis V_{AC} zum Strom I_{AC} definierte Impedanz herangezogen, wobei der Sensor in der Regel im Bereich der mechanischen Resonanzfrequenz betrieben wird. Die Darstellung der Anregung durch eine Wechselspannungsquelle ist in diesem Zusammenhang als schematisch zu verstehen, sehr oft werden die Sensoren in Schaltkreisen (z.B. Oszillatoren oder ein Regelkreis) eingesetzt, in denen sich der Schaltkreis automatisch auf die Resonanzfrequenz einstellt.

Als zweites Beispiel zeigt Fig. 4 eine Verzögerungsleitung wie sie für Sensoranwendungen in Flüssigkeiten verwendet werden kann, weitere Erläuterungen zu dem zugrunde liegenden Bauelement finden sich zum Beispiel in B. Jakoby and M. J. Vellekoop, "Analysis and optimization of Love wave liquid sensors," IEEE Trans. on Ultrason., Ferroelec., and Freq. Contr., vol. 45, pp. 1293–1302, September 1998. Im Prinzip basiert das Bauelement auf einem piezoelektrischen Substrat, z.B. Quarz (20) wobei die Kristallorientierung so gewählt wird, dass Scherwellen elektrisch angeregt werden können. Die Anregung erfolgt über so genannte Interdigitalwandler (21) welche durch entsprechende Metallisierungen auf dem Substrat realisiert werden. Bei der Anwendung als Verzögerungsleitung wird ein Interdigitalwandler



durch eine Quelle (24) gespeist während der andere als Empfänger dient an den beispielsweise ein Verbraucher (25), z.B. ein Messgerät, angeschlossen ist. Die Dämpfung und Verzögerung (bzw. elektrische Phase) zwischen Ein- und Ausgangssignal dieser so definierten Verzögerungsleitung können bei der Anwendung als Sensor elektrisch ausgewertet werden. Um eine Führung der Scherwelle an der Oberfläche zu erreichen, wird zusätzlich eine Wellenleiterschicht (22) aufgebracht (zum Beispiel aus Siliziumdioxid), welche - ähnlich einem optischen Wellenleiter - die Welle an der Oberfläche gebunden führt, man spricht hier von so genannten „Love-Wellen“. Aufgrund dieser elektrisch isolierenden Schicht ist es auch möglich, auf dieser Wellenleiterschicht eine weitere elektrisch leitende Schicht aufzubringen, welche die Interdigitalwandler von der Flüssigkeit elektrisch abschirmt (diese Idee ist in der oben genannten Veröffentlichung von Jakoby et. al. näher beschrieben). Im Sinne der vorliegenden Erfindung (Anspruch 4) kann beispielsweise genau diese Schirmung als Heizerstruktur ausgeführt werden, z.B. durch eng geführte leitfähige Wendeln (23), so dass Schirmwirkung und Heizung in ein und derselben Schicht funktionell kombiniert werden können. Diese Heizerstruktur kann z.B. entweder gemäß Anspruch 3 selbst zur Temperaturmessung verwendet werden oder es kann ein separat an der Oberfläche angebrachter bzw. auch in diese integrierter Temperatursensor (26) welcher mit einer Auswerteschaltung (27) verbunden ist, zur Messung der Oberflächentemperatur verwendet werden (gemäß Anspruch 2).



Ansprüche

1. Gerät zur Messung der Viskosität einer Flüssigkeit auf der Basis eines piezoelektrischen Bauelementes dadurch gekennzeichnet, dass neben den Elektroden zur elektrischen Anregung (2,3,21) der mechanischen Schwingung eine elektrisch leitfähige Struktur auf zumindest auf einem Teilbereich der sensiblen Oberfläche des Gerätes (2,23) aufweist, welche es ermöglicht durch elektrischen Stromfluss in dieser Struktur und der daraus entstehenden Verlustwärme die Flüssigkeit zu erwärmen.
2. Gerät nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es einen Temperatursensor (26) zur Erfassung der Oberflächentemperatur aufweist.
3. Gerät nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die elektrische Widerstandsänderung der leitfähigen, zur Beheizung benützten, Struktur (2,23) entsprechend dem Temperaturkoeffizienten des verwendeten Materials gleichzeitig dazu verwendet wird um die Temperatur an der Messstelle elektrisch zu bestimmen.
4. Gerät nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die leitfähige, zur Beheizung benützte Struktur, auch als Elektrode zur elektrischen Anregung von akustischen Wellen (2) oder zur elektrischen Abschirmung des Sensors verwendet wird (23).
5. Gerät nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die beschriebenen Leiterstrukturen zwecks der elektrischen Isolation von der zu messenden Flüssigkeit mit einer Isolationsschicht überzogen sind.
6. Verfahren unter Verwendung des Gerätes entsprechend einem oder mehrerer der vorhergehenden Ansprüche dadurch gekennzeichnet, dass die Beheizung während der Messung der Viskosität kurzzeitig unterbrochen wird um eine störende Wechselwirkung des Heizstromes mit der Viskositätsmessung zu verhindern.

A1895/2003

Urtext

Zeichnungen

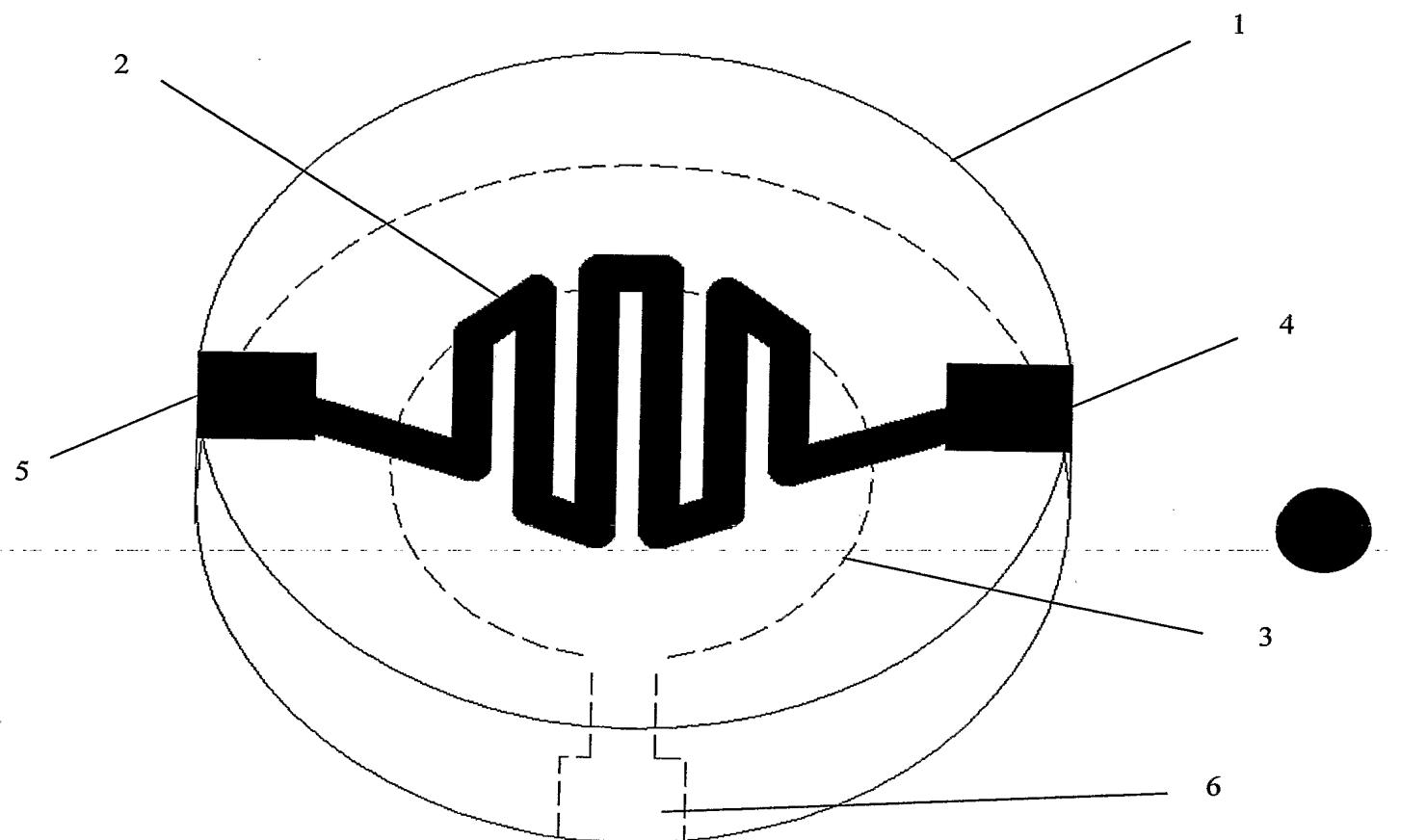


Fig. 1

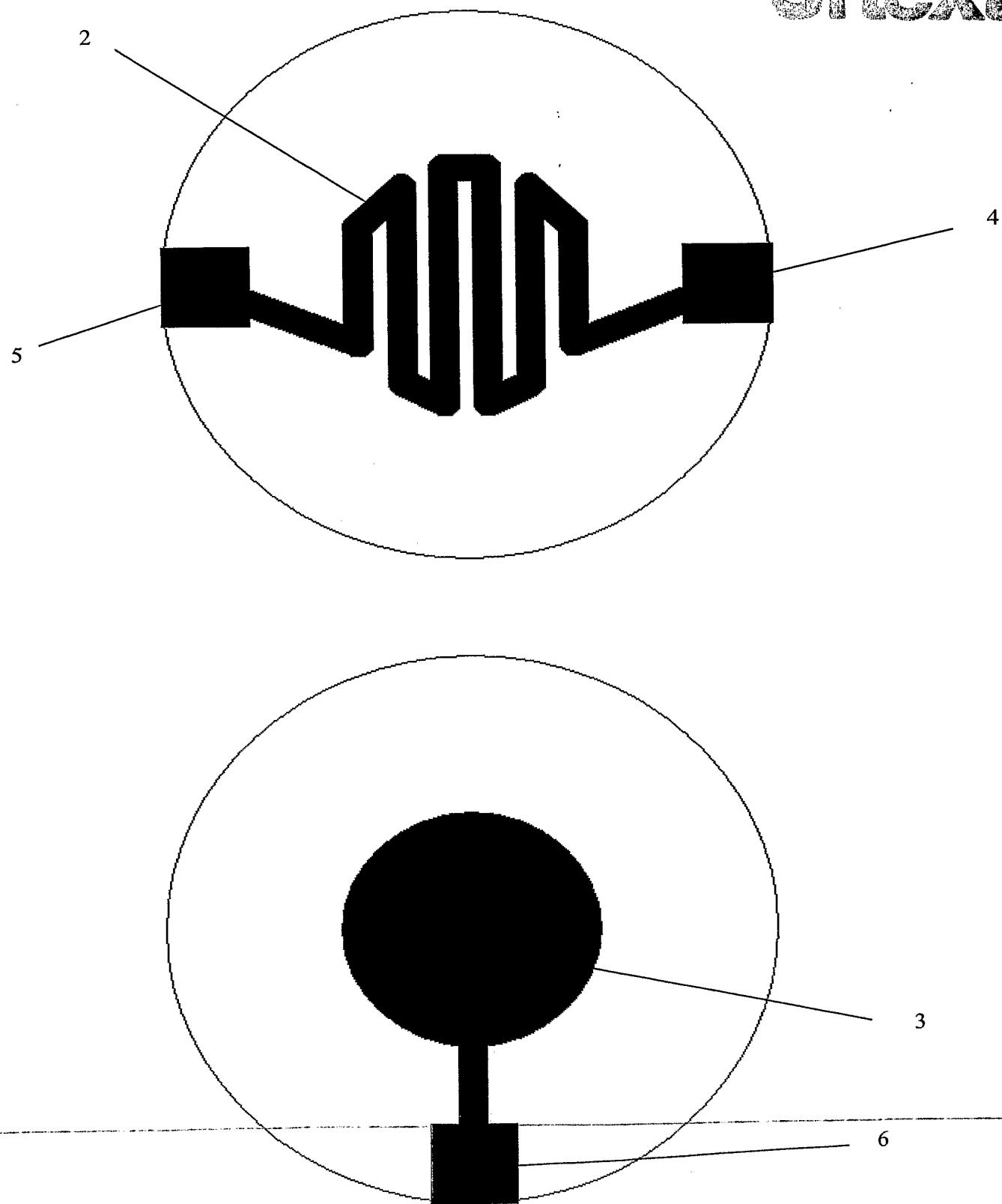


Fig. 2

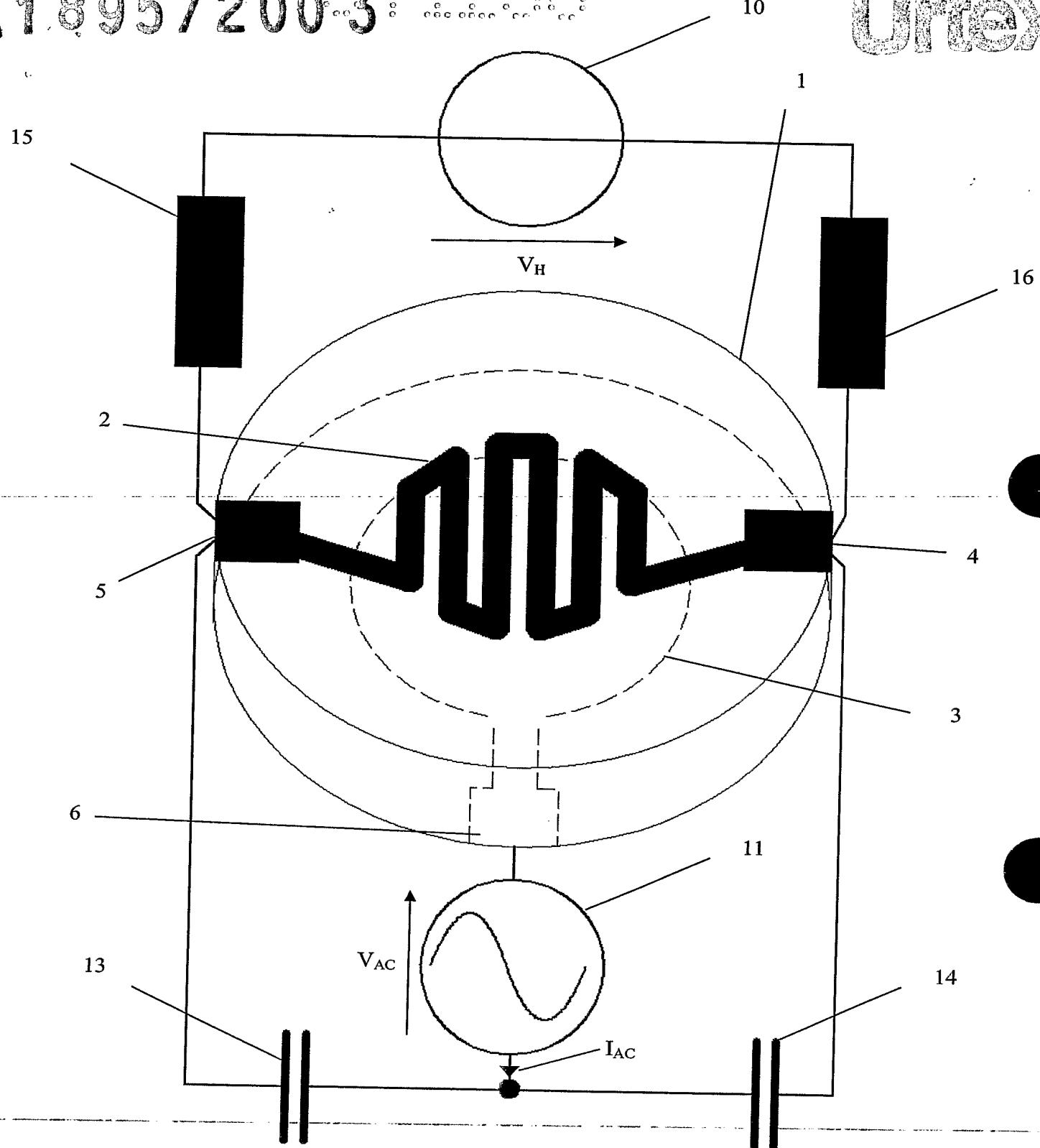


Fig. 3

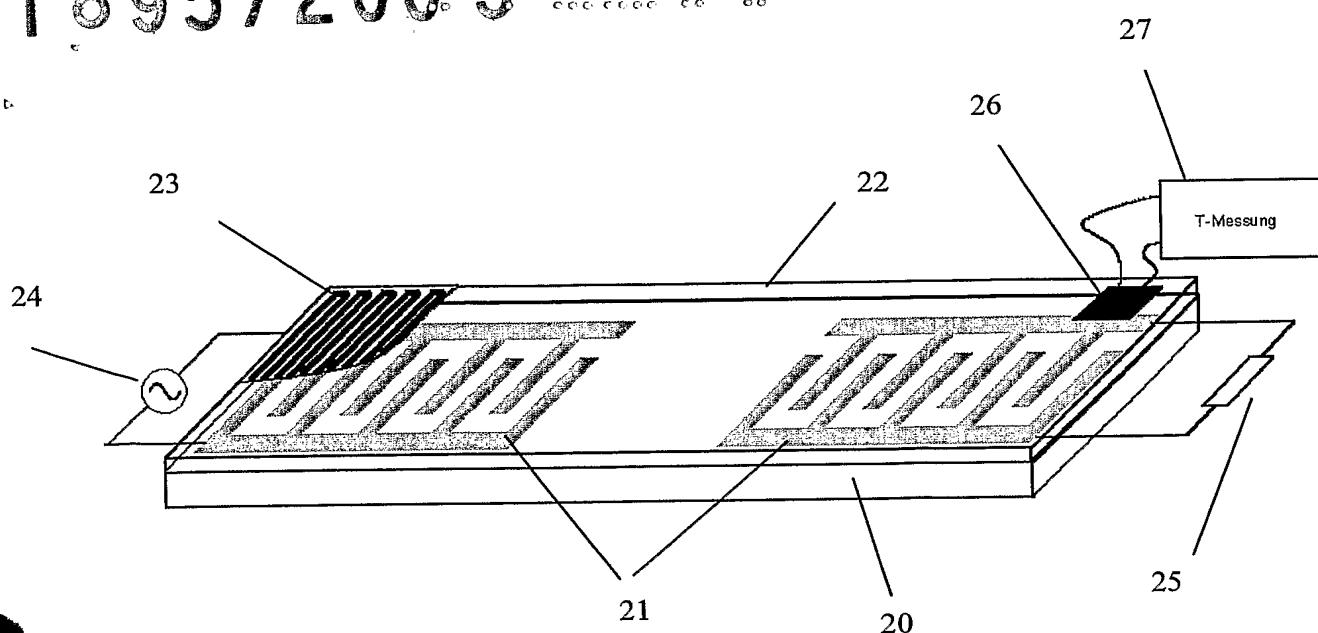


Fig. 4

PCT/AT2004/000409



B